

S15/2/ALL

15/2/1

DIALOG(R)File 351:Derwent WPI

(c) 2002 Thomson Derwent. All rts. reserv.

010684514

WPI Acc No: 1996-181470/199619

XRAM Acc No: C96-057298

Enriching argan oil in unsaponifiable components - comprises molecular distn. and purifying with steam, useful in cosmetic compsns. to prevent skin from ageing and drying out

Patent Assignee: FABRE DERMO-COSMETIQUE PIERRE (FABR)

Inventor: FABRE B; TREBOSC M T

Number of Countries: 001 Number of Patents: 001

Basic Patent:

| Patent No | Kind | Date | Applicat No | Kind | Date | Week |
|------------|------|----------|-------------|------|----------|----------|
| FR 2724663 | A1 | 19960322 | FR 9411174 | A | 19940920 | 199619 B |

Priority Applications (No Type Date): FR 9411174 A 19940920

Abstract (Basic): FR 2724663 A

Process for enriching argan oil in unsaponifiable components comprises: (i) subjecting virgin argan oil to molecular distn. to obtain a distillate enriched in unsaponifiable components and free fatty acids; and (ii) purifying with steam to eliminate the fatty acids. Also claimed is an enriched Argan oil obtd. by the above process.

USE - The enriched oil can be used in cosmetic compsns. in an amt. of 0.5-3 wt.% (claimed) to prevent skin from aging and drying out.

ADVANTAGE - The concn. in unsaponifiable components (including carotenes, tocopherols, methylsterols, triterpene alcohols and xanthophylls) can be increased to 3-5 (pref. to 3.8) wt.% without affecting the appearance or odour of the oil.

Dwg.0/0

Title Terms: ENRICH; OIL; UNSAPONIFIABLE; COMPONENT; COMPRISE; MOLECULAR; DISTIL; PURIFICATION; STEAM; USEFUL; COSMETIC; COMPOSITION; PREVENT; SKIN ; AGE; DRY

Derwent Class: D21; D23; E17

International Patent Class (Main): C11B-003/12

International Patent Class (Additional): A61K-007/48

File Segment: CPI

Manual Codes (CPI/A-N): D08-B09A; D10-A06; E10-C04H; E10-C04L2

Chemical Fragment Codes (M3):

01 H721 H723 J0 J011 J1 J171 M220 M224 M225 M226 M231 M232 M233 M262
M281 M320 M416 M620 M750 M903 M904 N164 N513 N514 N520 Q262 Q271
9619-A6901-X

Derwent Registry Numbers: 0121-U; 0122-U; 0206-U; 0954-U; 1740-U

Generic Compound Numbers: 9619-A6901-X

?

1 am 2 3

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

(11) N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 724 663

(21) N° d'enr gistement national :

94 11174

(51) Int Cl⁶ : C 11 B 3/12, A 61 K 7/48

(12)

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(22) Date de dépôt : 20.09.94.

(30) Priorité :

(43) Date de la mise à disposition du public de la
demande : 22.03.96 Bulletin 96/12.

(56) Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule.*

(60) Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

(71) Demandeur(s) : PIERRE FABRE DERMO
COSMETIQUE SOCIETE ANONYME — FR.

(72) Inventeur(s) : FABRE BERNARD et TREBOSC
MARIE THERESE.

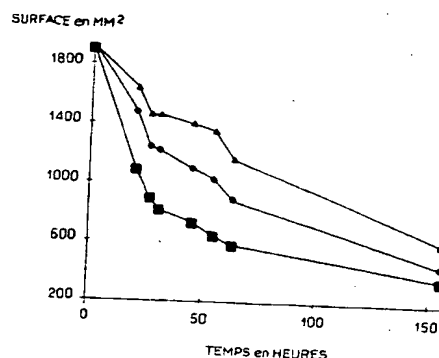
(73) Titulaire(s) :

(74) Mandataire : REGIMBEAU.

(54) HUILE D'ARGAN ENRICHIE, PROCEDE DE PREPARATION ET COMPOSITION COSMETIQUE LA
COMPRENANT.

(57) La présente invention concerne un procédé de prépa-
ration d'huile d'Argan enrichie en insaponifiable, à partir
d'huile vierge, l'huile ainsi obtenue et les compositions cos-
métiques la comprenant.

Selon l'invention, on effectue sur l'huile vierge d'Argan
une distillation moléculaire de manière à obtenir un distillat
enrichi en insaponifiable et en acide gras libres, puis on pu-
rifie le distillat ainsi obtenu en éliminant les acides gras li-
bres par entraînement à la vapeur.



Témoin : Serum de veau foetal à 1%
Insaponifiable d'Argan à 0.01%
Insaponifiable d'Argan à 0.03%
Témoin : Serum de veau foetal à 5%

FR 2 724 663 - A1



L'Arganier ou Argan (Argania spinosa L.) est l'espèce végétale la plus caractéristique du Maroc. La plante appartient à la famille botanique des Sapotacées. C'est un survivant de la flore tropicale tertiaire qui a bien su s'adapter aux climats nord africain.

5 La plus ancienne mention sur l'arganier remonte à 1219 et fut réalisée par le médecin Ibn Al Beithar dans un "Traité des Simples". La première description botanique fut donnée par Linne en 1737 qui le nomma "Sideroxylon spinosum" (bois de fer).

10 L'Argonia spinosa est un arbre qui peut atteindre 8 à 10 mètres de hauteur. Le tronc est court, 2 à 3 mètres, multiple et tourmenté. Les rameaux sont épineux ce qui assure une certaine défense de l'arbre. Les feuilles sont alternées, lancéolées, longues de 2 à 3 cm. Elles ont une couleur verte sombre à la face supérieure et sont plus claires en dessous.

15 Elles sont subpersistantes. En période de forte sécheresse l'arbre perd complètement ses feuilles qui réapparaissent après le retour des pluies.

Les fleurs sont pentamères avec sépales pubescents blancs. La corolle est jaune à 5 étamines. L'ovaire est supère, pubescent. Le fruit est une baie à 2 ou 3 graines soudées en une fausse drupe qui à maturité a la grosseur d'une noix jaune veinée de rouge. La pulpe recouvre un noyau très dur (Noix d'Argan). Cette noix
20 contient 3 amandes albuminées et huileuses représentant environ 3 % du poids du fruit et renfermant 50 à 60 % d'huile.

L'Arganier est localisé principalement dans le sud-ouest marocain, mais on trouve quelques peuplements isolés au nord-est du pays dans le massif montagneux des Beni Snassen et dans le centre.

25 L'arganeraie s'étend actuellement sur 822 000 ha selon la direction des Eaux et Forêts (1989). Actuellement, la plus grande partie de l'arganeraie couvre une bande côtière depuis l'embouchure de l'Oued Tenmsif jusqu'à celle de l'Oued Souss.

La préparation de l'huile d'Argan est effectuée par la population locale de façon artisanale. Elle s'extraite en brisant à la main entre 2 pierres le noyau du fruit. Les
30 graines sont torréfiées sur feux doux. Les amandes refroidies sont broyées dans un moulin à main et transformées en farine ; celle-ci est aspergée d'eau chaude et pétrie à la main. L'huile surnage à la surface et est récupérée au fur et à mesure.

De façon industrielle, l'huile d'Argan est obtenue par pressage (obtention de l'huile vierge) ou par extraction par un solvant apolaire comme l'hexane (FR-A-2
35 553 783).

L'huile d'Argan obtenue par les procédés décrits plus haut est constituée par les composés principaux ci-dessous.

- Les glycérides.

5 L'analyse des glycérides indique que l'huile d'Argan contient en poids plus de 96 % de triglycérides, 1,5 % de diglycérides et d'acides gras libres, et 0,3 % de monoglycérides.

- Les acides gras.

10 L'analyse des acides gras de cette huile, montre une prédominance en acide en C18-1 et C18-2, dont les acides oléique (45 %) et linoléique (35 %). La teneur assez importante en acides gras polyinsaturés, représente, du point de vue alimentaire un intérêt certain.

D'autre part, la quasi absence d'acide linoléique fait que cette huile est peu susceptible de s'oxyder ou de se polymériser pendant la conservation. Les autres acides gras contenus en proportion importante sont : l'acide
15 palminique (15 %) et l'acide stéarique (6 %) en C18.

- L'insaponifiable.

20 Le taux d'insaponifiable de l'huile d'Argan est en moyenne 1 %. La composition varie suivant les auteurs. Les études les plus récentes décrivent 37 % d'hydrocarbures et carotènes, 7,5 % de tocophérols, 20 % de méthylstérols et alcools triterpéniques, 6 % de xanthophylles et 9,5 % de divers.

25 L'huile extraite est comestible et fournit un apport important en corps gras sur les lieux de production.

Son utilisation traditionnelle pour lutter contre le dessèchement cutané et le vieillissement physiologique de la peau est à l'origine de l'utilisation cosmétologique moderne de l'huile d'Argan.

30 Outre la composition en acides gras vitaminés (80 %), la particularité de l'insaponifiable de l'huile en fait un actif très intéressant.

Cet insaponifiable n'est présent qu'à hauteur de 1 %. Un enrichissement permettrait de conserver les propriétés hydratantes, nutritives de l'huile et de potentialiser son activité sur le vieillissement cutané.

35 L'enrichissement en insaponifiable de l'huile d'Argan doit, pour être intéressant, être de l'ordre de 3 à 5 fois et surtout doit être effectué en respectant l'intégrité chimique de la composition de cet insaponifiable et en particulier en tocophérols, substances particulièrement fragiles et actives.

Par ailleurs, en fonction de l'utilisation ultérieure de ladite huile enrichie, en particulier en cosmétique, il est important que le procédé d'enrichissement en insaponifiable n'altère pas les propriétés physiques de l'huile, notamment son aspect et/ou son odeur.

5 La présente invention concerne donc un procédé d'enrichissement en insaponifiable de l'huile d'Argan, l'huile enrichie susceptible d'être obtenue par ledit procédé, et les compositions comprenant ladite huile, notamment les compositions cosmétiques.

10 Le procédé selon l'invention consiste à effectuer sur de l'huile vierge d'Argan, une distillation moléculaire de manière à obtenir un distillat enrichi en fractions les plus volatiles de l'huile d'Argan, c'est-à-dire les acides gras libres et l'insaponifiable.

15 La distillation moléculaire est particulièrement adaptée à des produits instables qui ne supportent pas les distillations classiques. En effet, on opère à des pressions très réduites (inférieures à 0,133 Pa (10^{-3} torr)), à des températures élevées (jusqu'à 300°C), mais le chauffage, donc la distillation, est effectué durant un temps de séjour très bref (0,1 à 1 seconde). Ce temps de chauffe très bref permet de ne pas altérer la qualité du produit distillé.

20 Toutefois, l'enrichissement en insaponifiable de l'huile d'Argan est accompagné par un enrichissement en acide gras libre. Or, ces composés sont d'odeur désagréable et présentent également des propriétés irritatives. L'huile enrichie en ces acides gras libres n'est pas une huile cosmétologiquement utilisable et une étape de désodorisation, de purification afin de se débarrasser de ces acides gras libres est nécessaire.

25 Le traitement est effectué sous pression réduite ($2,66 \cdot 10^2$ à $6,65 \cdot 10^2$ Pa (2 à 5 mm de mercure)) à une température élevée (200 à 150°C) par entraînement à la vapeur. Les acides gras, substances les plus volatiles, sont ainsi entraînés par la vapeur.

30 L'insaponifiable reste stable dans l'huile. La mesure de l'indice d'acide de l'huile permet de suivre et de contrôler cette étape de purification.

La qualité de l'enrichissement en insaponifiable dépend de la première étape de distillation moléculaire, notamment de la température de distillation, du vide et du rendement de distillation.

35 D'une manière préférentielle, la température de distillation est inférieure à la température d'ébullition du produit à distiller avantageusement voisine de 270°C +/-

20°C, pour une pression inférieure ou égale à 0,133 Pa (10^{-3} torr), et un temps de chauffage compris entre 0,1 et 10s.

L'homme du métier saura bien entendu adapter les conditions opératoires pour un rendement optimum d'enrichissement en insaponifiable.

5 Après purification par entraînement à la vapeur des acides gras libres, on récupère une huile d'Argan enrichie en insaponifiable, qui peut être employée directement en cosmétique.

De l'huile d'Argan enrichi a été obtenue par le procédé selon l'invention avec pour l'étape de distillation moléculaire, les conditions opératoires suivantes :

- 10
- température à 270°C +/- 20°C
 - pression : 0,013 Pa (10^{-4} Torr),
 - temps de contact : 0,1 à 2 s

La composition chimique et l'activité de l'huile enrichie ainsi obtenue ont été comparées à celles de l'huile vierge de départ.

15

COMPOSITION CHIMIQUE.

Il est intéressant de comparer les caractéristiques physiochimiques ainsi que les teneurs des principaux constituants de l'huile vierge de l'huile enrichie.

20

| | huile vierge | huile enrichie |
|--------------------------|--------------|----------------|
| indice d'acide | < 4 | < 4 |
| indice d'iode | 95-105 | 95-105 |
| indice de peroxyde | < 10 | < 10 |
| indice de saponification | 190-200 | 190-200 |

25 Les deux qualités d'huile ont les mêmes caractéristiques physico-chimiques. L'indice d'acide passe de 40 après enrichissement (distillation moléculaire), à une valeur inférieure à 4 après purification par entraînement à la vapeur.

L'indice de saponification ne varie pas de façon significative d'une qualité d'huile à une autre, même si l'insaponifiable augmente. La mesure de cet indice n'est pas suffisamment précise pour qu'il puisse varier.

30

Analyse des acides gras.

35

| | huile vierge | huile enrichie |
|-------------------------|--------------|----------------|
| acide palmitique C 16:0 | 12.5 | 14 |
| acide stéarique C 18:0 | 5.9 | 5 |
| acide oléique C 18:1 | 46.5 | 44 |
| acide linoléique C 18:2 | 34.0 | 32 |

Il n'y a pas de différence significative dans la composition des acides gras des 2 huiles.

| | | huile vierge | | huile enrichie | |
|----|-----------------------------------|--------------|---------------|----------------|---------------|
| 5 | teneur en insaponifiable | 1, 2 % | | 3, 8 % | |
| | tocophérols individuels | % | mg/kg d'huile | % | mg/kg d'huile |
| 10 | α | 22 | 55 | 18 | 249 |
| | β | trace | trace | 4 | 55 |
| | γ | 26 | 65 | 39 | 540 |
| | δ | 52 | 130 | 39 | 540 |
| | tocophérols totaux(mg/kg d'huile) | 250 | | 1834 | |
| 15 | | | | | |
| | fraction triterpénique(FT) | 48 | 614 | 51 | 1958 |
| | stérols / FT* | 60 | 371 | 596 | 1167 |
| | 4 méthylstérols / FT* | 5.5 | 34 | 6.3 | 123 |
| 20 | alcools triterpéniques/FT* | 32.7 | 201 | 28.3 | 554 |
| | autres / FT* | 1.4 | 8 | 5.8 | 114 |

* Les taux des stérols, 4 méthylstérols, alcools triterpéniques et "autres" sont exprimés par rapport à la fraction triterpénique totale.

Le taux d'enrichissement en insaponifiable est augmenté par 3. Si la fraction triterpénique est enrichie dans les mêmes proportions (facteur 3.2) il n'en est pas de même pour les tocophérols où on observe un facteur de 5.5. Il en résulte que certains des autres constituants de l'insaponifiable (hydrocarbures, autres composés partiellement volatiles) ont été éliminés en partie lors de l'enrichissement.

Dans le cas des tocophérols on note un enrichissement beaucoup plus important en γ (x 8.3) alors que le facteur de 5.5 n'est pas respecté pour les α et les δ tocophérols.

Dans le cas des composés de la filière triterpéniques (alcools triterpéniques, 4 méthylstérols, et stérols), les proportions relatives sont voisines.

ACTIVITE.

Nous avons cherché à évaluer les activités de l'huile d'Argan enrichie ou de l'insaponifiable sur le vieillissement cutané. Nous avons choisi plusieurs modèles d'objectivation qui vont dans ce sens : effet régénérant, activité piègeur de radicaux libres, effet restructurant et hydratant.

Nous avons également évalué la tolérance de l'huile d'Argan enrichie.

La fraction insaponifiable a été isolée selon les méthodes usuelles de saponification à chaud du mélange et de récupération à froid de la fraction insaponifiable par adjonction d'eau.

1. EFFET REGENERANT.

Technique in vitro du derme équivalent

Cette technique se différencie d'une culture cellulaire classique par le fait qu'elle est tridimensionnelle, les cellules fibroblastiques mises en culture en présence d'une solution de collagène, au lieu de former une monocouche, s'organisent ici en un réseau tridimensionnel qui se présente sous la forme d'un gel. L'étude de la cinétique de contraction du gel nous permet donc d'apprécier la construction du tissu.

Ce modèle, plus physiologique qu'une culture classique, reproduit fidèlement ce que l'on observe dans le derme "vivant", d'où son nom de derme équivalent.

Cette méthode étudie un nombre fixe de cellules ; le paramètre suivi est représentatif du métabolisme cellulaire et non de la multiplication des cellules.

La cinétique de contraction de ce réseau gélifié est influencé par divers facteurs exogènes dont la présence d'activateur métabolique dans le milieu, le produit de référence étant le Sérum de Veau Foetal (S.V.F.).

Ainsi, on a pu observer :

- une cinétique qualifiée de "normale" en présence de 5 % de S.V.F. dans le milieu de culture

et

- une cinétique ralentie dans un milieu carencé (1 % de S.V.F.), signe d'une diminution du métabolisme cellulaire.

Les paramètres mesurés étant extrêmement sensibles au milieu environnant, nous avons étudié l'influence de l'insaponifiable purifié de l'huile d'Argan que nous avons donc isolé du reste de l'huile pour ce test.

L'ajout de cet insaponifiable au milieu carencé compense le retard de maturation du gel et ceci avec un effet-dose : plus nous introduisons d'insaponifiable dans le milieu, plus le gel retrouve ses capacités de maturation optimales. Nous pouvons donc en conclure à l'amélioration du métabolisme cellulaire par l'insaponifiable de l'huile d'Argan (Figure 1).

L'huile d'Argan enrichie présente une activité supérieure à l'huile vierge.

2. ACTIVITE ANTI-RADICALAIRE.

Cette activité a été recherchée sur l'ion hydroxyl $\text{OH}\cdot$. Ce dernier est généré par réaction de Fenton. La durée de vie du radical étant très courte, il est nécessaire de le piéger à l'aide de molécules organiques qui réagissent avec celui-ci pour donner un radical suffisamment stable pour être détecté et dosé par R.P.E. Le piégeur utilisé est le 5,5 diméthyl - 1 pyrroline- N oxyde (DMPO).

L'amplitude du signal RPE représente la quantité maximale des radicaux hydroxyls piégés par le DMPO. La comparaison des spectres RPE des produits à tester et des témoins permet de déterminer le pourcentage d'utilisation du signal par les produits à une concentration donnée. On obtient la concentration CE 50 représentant la concentration nécessaire pour observer une diminution de 50 % de l'intensité du signal RPE par rapport au signal témoin.

Les résultats comparatifs sont les suivants :

CE 50 en g/l

Huile d'Argan vierge 1.88 ± 0.04

Huile d'Argan enrichie 0.5 ± 0.02

L'huile d'Argan enrichie présente une activité 3,7 fois supérieure à l'huile vierge. Or la teneur en insaponifiable est 3 fois supérieure dans l'huile enrichie par rapport à l'huile vierge.

On retrouve donc un facteur multiplicatif très proche. L'activité antiradicalaire peut donc être attribuée à la partie insaponifiable.

3. EFFETS RESTRUCTURANTS ET HYDRATANTS.

- Etude pharmacologique sur animaux carencés.

La déficience en acide gras essentiels (A.G.E.) entraîne un dérèglement de la fonction barrière de l'épiderme qui se manifeste par une large augmentation de la perte d'eau au travers de la couche cornée.

Nous avons donc carencé des animaux en A.G.E. et étudié comparative-
ment l'influence d'applications cutanées d'Argan vierge ou d'huile d'Argan enrichie
sur la perspiration de ces animaux.

5 Ainsi, le traitement par les deux huiles diminue rapidement et de façon
comparable la perspiration chez l'animal carencé en A.G.E. et ceci pendant une longue
durée (Figure 2).

Nous pouvons donc en conclure que la partie insaponifiable n'influence
pas l'activité de l'huile sur la restauration de la barrière épidermique : c'est effective-
ment la partie glycéridique, qui est peu modifiée par la distillation moléculaire, qui est
10 active sur la restauration du ciment intercellulaire (activité dès le 4ème jour). Il s'agit
d'une réelle reconstitution de l'intégrité du stratum corneum, car une huile de
paraffine s'avère inactive sur ce type de modèle.

- Etude du pouvoir hydratant chez l'homme.

15 Cette étude a été réalisée sur l'avant-bras. Elle a montré un pouvoir
hydratant de l'huile d'Argan aussi bien de la qualité vierge que de la qualité enrichie,
ce qui confirme le rôle de la partie glycéridique sur l'hydratation cutanée.

4. ETUDE DE LA TOLERANCE.

20 La tolérance de l'huile d'Argan enrichie a été évaluée selon les méthodes
officielles : évaluation de l'irritation oculaire et détermination de l'indice d'irritation
primaire cutanée.

L'observation des réactions oculaires provoquées par l'utilisation unique
de l'huile d'Argan enrichie a été menée sur trois lapins selon le mode opératoire
25 officiel d'indice d'irritation oculaire maximum, (I.O. Max).

L'indice déterminé après observation des différents item est de 4.66 après
1 heure et de 0 après 1 jour. L'huile d'Argan enrichie est classée non irritant au niveau
oculaire.

L'indice d'irritation primaire cutanée a été déterminé, selon le mode
30 opératoire officiel, inférieur à 0.5 et donc classé non irritant.

Par ces deux méthodes, l'huile d'Argan enrichie montre son innocuité.

La présente invention concerne enfin une composition cosmétique
comprenant, au moins un excipient cosmétiquement acceptable et comme agent
35 cosmétique, de l'huile d'Argan enrichie selon l'invention.

La composition selon l'invention peut être une crème, une pommade, un gel, une lotion, une émulsion ou toute autre formulation usuelle destinée à une application topique.

- 5 Les exemples des compositions ci-dessous sont donnés à titre indicatif des différents types de compositions selon l'invention. Les pourcentages sont donnés en poids par rapport au poids total de la composition.

CREME DE JOUR HYDRATANTE BASE DE MAQUILLAGE

| | | | | |
|----|---|-------|---|------|
| | • Huile d'Argan enrichie | 0.5 | à | 2 % |
| 5 | • Acide pyrrolidone carboxylique | 0.2 | à | 0.5% |
| | • Hydrolysat de collagène marin | 1 | à | 3% |
| | • Huile de ricin hydrogénée, éthoxylée | 1 | à | 5% |
| | • Huile de paraffine fluide | 1 | à | 5% |
| 10 | • Huile cyclopentasiloxane | 5 | à | 12% |
| | • Perhydrosqualane | 1 | à | 5% |
| | • Polymère carboxyvinyle | 0.1 | à | 0.5% |
| | • Triéthanolamine | 0.2 | à | 0.5% |
| | • Glycérine | 2 | à | 4% |
| 15 | • Conservateur q. s. | | | |
| | • Parfum q. s. | | | |
| | • Eau purifiée q. s. p. | 100 g | | |

20

LAIT DEMAQUILLANT POUR PEAUX SECHES

| | | | | |
|----|---|-------|---|------|
| | • Huile d'Argan enrichie | 0.5 | à | 1% |
| | • Monopalmitate de sorbitan | 0.5 | à | 2% |
| | • Monopalmitate de sorbitan polyéthoxylé | 3 | à | 6% |
| 25 | • Polysorbate 20 | 1 | à | 3% |
| | • Paraffine liquide | 8 | à | 15% |
| | • Triglycérides caprique/caprilique | 1 | à | 2% |
| | • Butanediol 1.3 | 2 | à | 4% |
| 30 | • Polymère carboxyvinyle | 0.2 | à | 0.5% |
| | • Triéthanolamine q. s. p. | | | |
| | • Conservateur q. s. | | | |
| | • Parfum q. s. | | | |
| | • Eau purifiée q. s. p. | 100 g | | |
| 35 | | | | |

CREME NUTRITIVE POUR PEAUX SENSIBLES

| | | | | |
|----|--------------------------------------|-------|---|----|
| | • Huile d'Argan enrichie | 0.5 | à | 3% |
| | • Dérivé polysaccharidique | 0.1 | à | 4% |
| 5 | • Acide stéarique | 1 | à | 3% |
| | • Stéarate de polyoxyéthylène glycol | 2 | à | 6% |
| | • Cire végétale | 1 | à | 3% |
| | • Blanc de baleine synthétique | 1 | à | 2% |
| | • Huile de jojoba | 2 | à | 8% |
| 10 | • Glycérine | 2 | à | 5 |
| | • Conservateur, parfum, q. s. | | | |
| | • Eau purifiée q. s. p. | 100 g | | |

CONCENTRE ANTI RIDES

| | | | | |
|----|----------------------------------|-------|---|------|
| 15 | • Huile d'Argan vierge | 0.1 | à | 3% |
| | • Insaponifiable d'Argan | 0.01 | à | 0.5% |
| | • Palmitate vitamine A | 0.1 | à | 1% |
| | • Ester glycérique de vitamine F | 0.1 | à | 1% |
| 20 | • Huile de carthame q. s. p. | 100 g | | |

MASQUE ANTI RIDES

| | | | | |
|----|--|-------|---|-------|
| | • Insaponifiable d'huile d'Argan | 0.01 | à | 0.05% |
| 25 | • Protéines végétales | 1 | à | 5% |
| | • Acide hyaluronique (sel Na) | 0.01 | à | 0.2% |
| | • Stéarate de sucrose | 1 | à | 3% |
| | • Distéarate de sucrose | 2 | à | 5% |
| | • Triglycérides caprique et caprylique | 2 | à | 8% |
| 30 | • Paraffine liquide | 5 | à | 12% |
| | • Polyoxyéthylène glycol 600 | 2 | à | 10% |
| | • Polymère carboxyvinyle | 0.2 | à | 1% |
| | • Triéanolamine | 0.5 | à | 1% |
| | • Parfum q. s. | | | |
| 35 | • Conservateurs q. s. | | | |
| | Eau purifiée q. s. p. | 100 g | | |

REVENDICATIONS

1. Procédé de préparation d'huile d'Argan enrichie en insaponifiable, à partir de l'huile vierge, caractérisé en ce que l'on effectue sur l'huile vierge d'Argan une distillation moléculaire de manière à obtenir un distillat enrichi en insaponifiable et en acide gras libres, puis en ce que l'on purifie le distillat ainsi obtenu en éliminant les acides gras libres par entraînement à la vapeur.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que la distillation moléculaire est effectuée à une température inférieure à la température d'ébullition du produit à distiller avantageusement voisine de $270^{\circ}\text{C} \pm 20^{\circ}\text{C}$, pour une pression inférieure ou égale à 0,133 Pa (10^{-3} torr), et un temps de chauffage compris entre 0,1 et 10 s.

3. Procédé selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que la purification est effectuée par entraînement à la vapeur, à une température comprise entre 150°C et 200°C et sous pression réduite, comprise entre $2,66 \cdot 10^2$ à $6,65 \cdot 10^2$ Pa (2 et 5 mm de mercure).

4. Huile d'Argan enrichie susceptible d'être obtenue par le procédé selon l'une des revendications 1 à 3.

5. Huile enrichie selon la revendication 4, caractérisée en ce que la teneur en insaponifiable est de 3 à 5 fois supérieure en poids à celle de l'huile vierge.

6. Huile enrichie selon l'une des revendications 4 ou 5, caractérisée en ce qu'elle répond aux caractéristiques suivantes :

| | | |
|----|--------------------------|---------|
| | indice d'acide | < 4 |
| | indice d'iode | 95-105 |
| | indice de peroxyde | < 10 |
| 25 | indice de saponification | 190-200 |

analyse des acides gras :

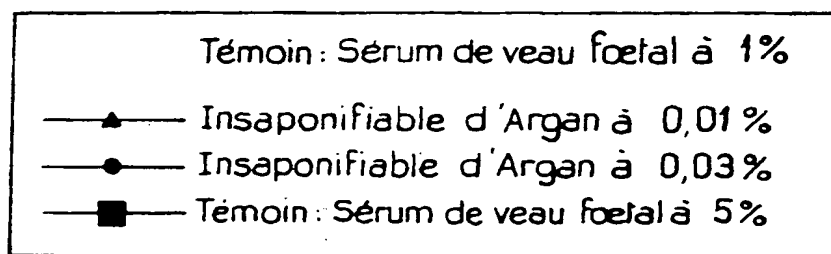
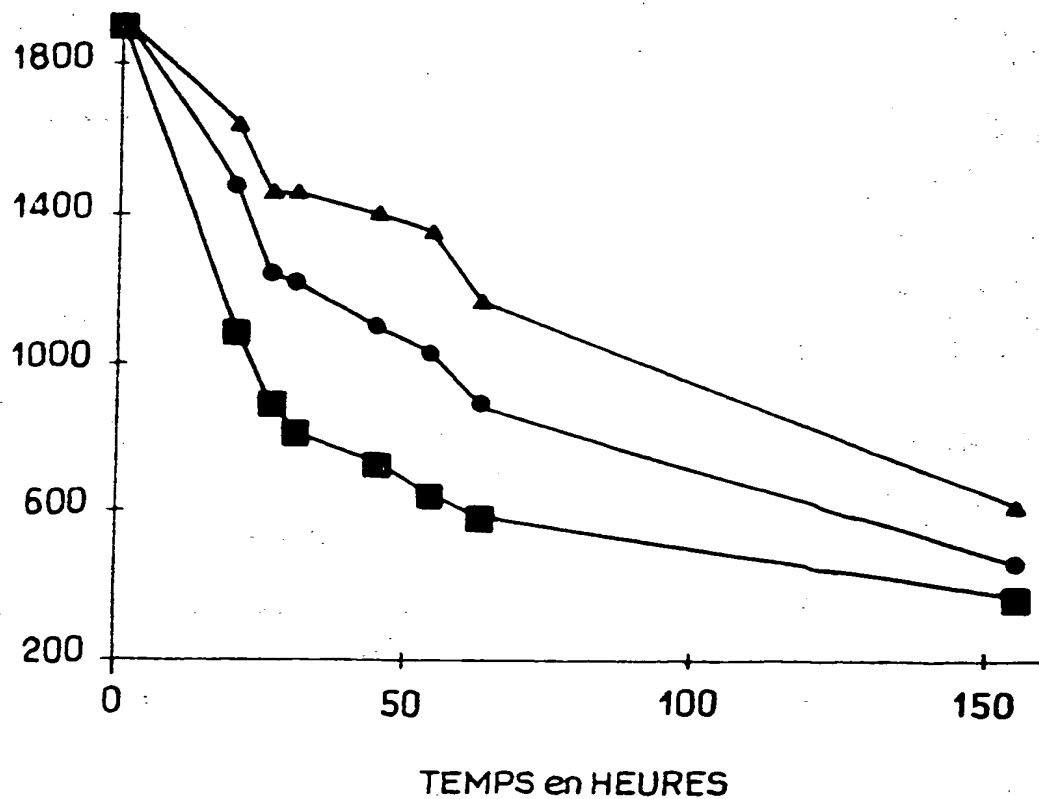
| | | |
|----|-------------------------|----|
| | acide palmitique C 16:0 | 14 |
| | acide stéarique C 18:0 | 5 |
| 30 | acide oléique C 18:1 | 44 |
| | acide linoléique C 18:2 | 32 |

teneur en insaponifiable 3.8 % en poids.

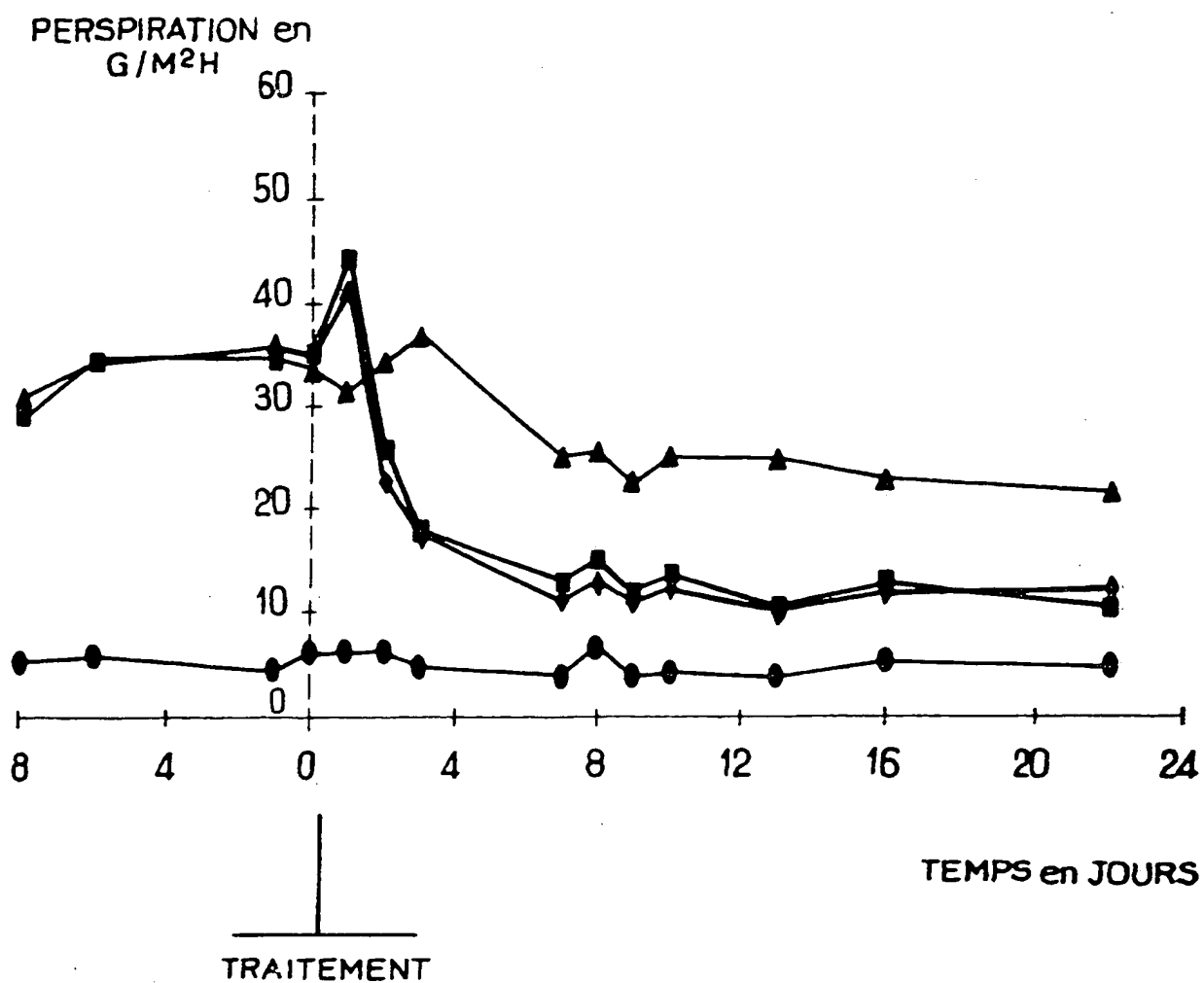
7. Composition cosmétique caractérisée en ce qu'elle comprend au moins un excipient cosmétiquement acceptable et de l'huile d'Argan enrichie selon l'une des revendications 4 à 6.

5 8. Composition selon la revendication 7, caractérisée en ce qu'elle comprend entre 0.5 et 3 % en poids d'huile d'Argan enrichie.

1 / 2

SURFACE en MM²FIG.1

2 / 2

FIG.2

- ◆— Huile d'Argan enrichie
- Huile d'Argan vierge
- ▲— Témoins carences
- Régime normal

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

**RAPPORT DE RECHERCHE
PRELIMINAIRE**
établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 504472
FR 9411174

| DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS | | Revendications concernées de la demande examinée |
|---|---|---|
| Catégorie | Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes | |
| D,Y | FR-A-2 553 788 (P. F. COSMETIQUE) * le document en entier * | 1,4,7,8 |
| Y | FR-A-2 102 888 (SOCIÉTÉ D'ALIMENTATION ET DE RECHERCHES BIOLOGIQUES S.A.R.B.) * page 1, ligne 1 - ligne 6 * * page 1, ligne 29 - ligne 32 * * revendication 1 * | 1,4,7,8 |
| A | FR-A-2 678 632 (LABORATOIRES PHARMASCIENCE) * le document en entier * | 1,7 |
| A | FR-A-2 500 306 (FAURE JEAN-GEORGES) * le document en entier * | 1,7 |
| A | FR-A-2 692 783 (EXPANCHEMIE) * revendications 1-10 * | 1,7 |
| | | DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. CL. 6) |
| | | C11B A61K |
| Date d'achèvement de la recherche | | Examineur |
| 26 Mai 1995 | | Dekeirel, M |
| CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant | | |

1

EPO FORM 1503 01.92 (P04C11)